

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(b)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-245941

(43)Date of publication of application : 19.09.1997

(51)Int.Cl.

H05B 3/14

(21)Application number : 08-050059

(71)Applicant : SHINAGAWA REFRACT CO LTD

(22)Date of filing : 07.03.1996

(72)Inventor : ARASHI HARUO

FUJII YOJI

MORIWAKI MASAHIRO

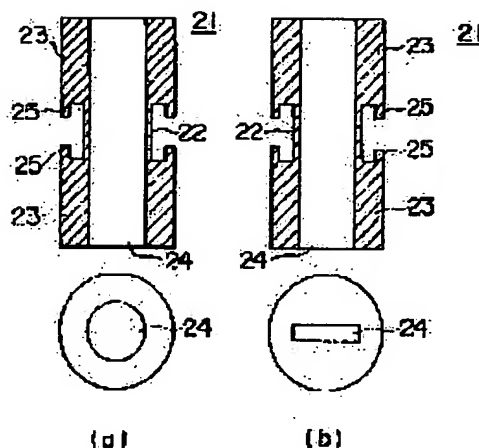
NOBUHARA SEIJI

(54) HEATING SUBSTANCE OF ZIRCONIA

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To make constant the internal temp. distribution and prolong the lifetime by shaping the end face of a terminal part of a heating element for a high temp. furnace in such a way as enclosing a part of a temp. running part, and suppressing heat radiation from the heat running part.

SOLUTION: A heating part 22 having circular section and terminal parts 23 are made of ZrO₂ material manufactured from zirconia fiber, etc., in a single piece structure where a circular hollow part 24 penetrates the inside so that a heating element 21 is formed. A lead of platinum is attached to each terminal part 23 and current is fed so that a temp. of 2000-2300° C is generated in the hollow 24, and thereby a sample or a material to be treated is heated. A flange 25 enclosing a part of the heating part 22 is furnished on the periphery of that end face of the terminal part 23 which lies on the side with the heating part 22. The length of the flange 24 should be 20-95% of the heating part 22 while the inside diameter should be 6mm or more greater than the outside diameter of the part 22. Thereby heat radiation from the part 22 is shut off, and dispersion of the internal temp. distribution is lessened.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

29.10.1996

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2820654

[Date of registration] 28.08.1998

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

JAPANESE

[Translation done.]

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

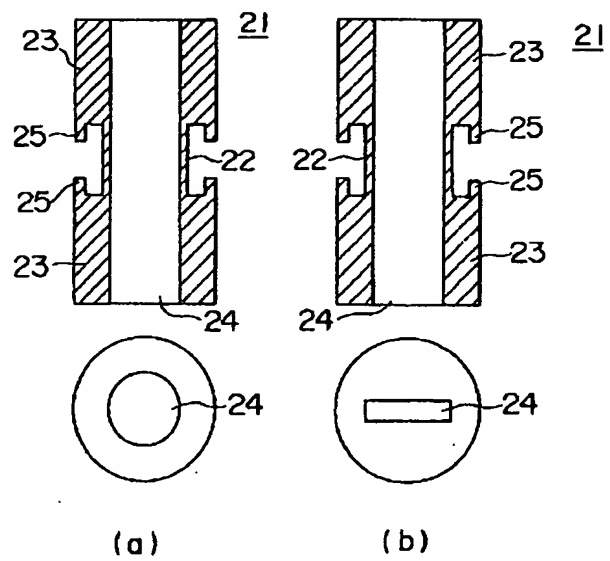
[Claim 1] Setting to a telescopic nature heating element of a hollow zirconia equipped with the exoergic section which has a centrum and can heat a sample or processed material inside, and a terminal area of the both ends, a cross-section configuration of said exoergic section is circular or a nature heating element of a hollow zirconia which presupposes that a cross-section configuration of a terminal area is circular, and is characterized by preparing a flange in an end face of the method of wrap aforementioned terminal area for said a part of exoergic section by considering as a square shape.

[Claim 2] A heating element according to claim 1 characterized by having penetrated said exoergic section and terminal area and preparing a centrum of the same configuration and magnitude.

[Claim 3] A heating element according to claim 1 characterized by carrying out contact cementation of the lead member for energization at said terminal area.

[Claim 4] A heating element according to claim 1 characterized by being built with zirconia powder or a zirconia fiber which added a stabilizing agent.

[Translation done.]



[Translation done.]

(b)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-245941

(43) 公開日 平成9年(1997)9月19日

(51) IntCl.⁶

H 0 5 B 3/14

識別記号

庁内整理番号

F I

H 0 5 B 3/14

技術表示箇所

Z

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平8-50059

(22) 出願日 平成8年(1996)3月7日

(71) 出願人 000001971

品川白煉瓦株式会社

東京都千代田区大手町2丁目2番1号

(72) 発明者 嵐 治 夫

宮城県仙台市青葉区中山2丁目27番3号

(72) 発明者 藤 井 洋 治

岡山県岡山市南古都134-132

(72) 発明者 森 脇 正 弘

岡山県備前市伊部1935-1

(72) 発明者 延 原 誠 二

岡山県備前市東片上803

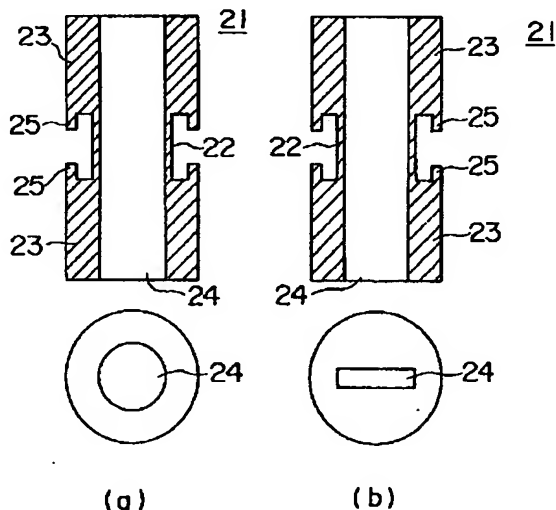
(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

(54) 【発明の名称】 ジルコニア質発熱体

(57) 【要約】

【目的】 高温乃至超高温炉に用いるジルコニア質発熱体の発熱部からの放熱を抑制することから、内部の温度分布を均一にし、高温炉の寿命の延長をはかることを目的とする。

【構成】 試料又は被処理材を内部で加熱することができる発熱部と、その両端の端子部を備えた筒型の中空ジルコニア質発熱体において、前記発熱部の断面形状は円形又は角形とし、端子部の断面形状は円形とし、前記発熱部の一部を覆うよう前記端子部の端面に鍔部を設けたことを特徴とする、中空ジルコニア質発熱体。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】中空部を有し試料又は被処理材を内部で加熱することができる発熱部と、その両端の端子部を備えた筒型の中空ジルコニア質発熱体において、前記発熱部の断面形状は円形又は角形とし、端子部の断面形状は円形とし、前記発熱部の一部を覆うよう前記端子部の端面に鍍部を設けたことを特徴とする、中空ジルコニア質発熱体。

【請求項 2】前記発熱部と端子部を貫通して同一形状、大きさの中空部を設けたことを特徴とする請求項 1 記載の発熱体。

【請求項 3】前記端子部には通電用リード部材が接触結合されていることを特徴とする請求項 1 記載の発熱体。

【請求項 4】安定化剤を添加したジルコニア粉末又はジルコニアファイバーからつくられることを特徴とする請求項 1 記載の発熱体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は新規な中空ジルコニア質発熱体、特に超高温電気抵抗炉に用いるに適当なジルコニア発熱体に関するものである。

【0002】

【従来の技術と発明が解決しようとする課題】近年宇宙航空科学技術等の発達に伴ない高温乃至超高温に耐える材料の開発、又は高温乃至超高温での材料の熱処理方法又は装置の開発が望まれ、それに伴ってかかる材料の物性測定や熱処理に供しうる超高温電気抵抗炉が開発され、そこでは 1700～2000℃の温度に耐えうるジルコニア質発熱体が好んで用いられている。

【0003】このような発熱体を用いた炉の一例として本発明者らが開発した特開平 5-66093 号公報記載の超高温電気抵抗炉を挙げることができる。これを図 4 について簡単に説明すれば、1 が通常ジルコニア質の中空円筒型抵抗発熱体であり、これは中央部に小さい断面面積の発熱部 2 を有し、その両端に大きな断面面積の一定長さの端子部 3、3 を備えている。この端子部には通常通電用リード線 4 が取付けられている。この発熱体 1 の上下にはパイプ状耐火物 5、5 が設けられている。

【0004】この発熱体 1 を囲んで順にジルコニア質円筒状耐火物 6、アルミナ質耐火物 7 が配置される。発熱体 1 と耐火物 6 との間に若干の空間 8 が設けられ、又アルミナ質耐火物 7 の表面には発熱体 1 を予熱するためのワイヤー状の予熱装置 9 が設けられる。アルミナ質耐火物 7 の外側にはセラミック質断熱材 10 と外殻鉄皮 11 が設けられる。

【0005】前記発熱体 1 とパイプ状耐火物 5 の内部には上下に貫通する空間 13 が形成され、発熱体 1 の発熱部 2 付近には超高温加熱空間 12 が形成される。試料又は被処理物はこの空間 12 に載置又は懸垂されて熱処理を受けるか又は試験に供される。

【0006】図 5 は図 4 に準ずる円筒炉の変形例の断面図であり、ワイヤー状発熱体 9 の代わりに U 字状の発熱体 14 を予熱装置として使用する。又パイプ状耐火物 5 の代りに板状耐火物 15 を用いる。他は図 4 と同様であり、同じ箇所は同じ符号で表わされている。

【0007】図 6 (a) と (b) は発熱体 1 の二つの実施例の正面図であり、発熱体 1 の上下両側に発熱部 2 より比較的断面面積の大きい端子部 3 が設けられているのがみられよう。

【0008】図 6 (a) のように発熱部 2 にはときに、外部からの観察用又は温度制御用の孔 16 が設けられる。たとえば高温での引張強度試験の場合、この孔から引張りの変位を観測することができて便利である。図 6 (b) では端子部と発熱部の間にテーパ 17 が形成されている。

【0009】図 6 (c) は他の例の発熱体 1 の斜視図であり、ここでは発熱部 2 は断面角型のパイプ状をなし、端子部 3 と発熱部 2 と通じて断面角型の中空部 13 が形成されており、断面角型の比較的長尺の板状試料の処理乃至試験に便利に供しうるよう形成されている。端子部にはリード線 4 が設けられている。

【0010】上記の図 6 (a) のように、中空部を有する発熱体の発熱部に試料観察用又は温度制御用の孔 16 を開けた場合、開けた孔より加熱室内部の熱が放散されてしまい温度分布にばらつきを生じてしまう。これは仮に図 6 (c) の場合のような発熱体の発熱部に孔を設けたときにも同様であり、加熱部からの熱の放散に伴ない、予熱炉発熱体の寿命の短縮、発熱体内部の温度分布のばらつき、ジルコニア発熱体の寿命の短縮等の問題が生じてくる。

【0011】かくて、本発明は孔を設けても発熱部からの熱の放散を少なくし、温度分布の均一性にすぐれ、高温での引張り強度の試験等にも良好に用い得る中空筒状ジルコニア質発熱体を提供することを目的とするものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】かくて、本発明は中空部を有し試料又は被処理材を内部で加熱することができる発熱部と、その両端の端子部を備えた筒型の中空ジルコニア質発熱体において、前記発熱部の断面形状は円形又は角形とし、端子部の断面形状は円形とし、前記発熱部の一部を覆うよう前記端子部の端面に鍍部を設けたことを特徴とする、中空ジルコニア質発熱体に関するものである。

【0013】本発明にかかるジルコニア質発熱体の実施例を図面について説明する。図 1 (a) の発熱体 21 の場合、中央部に比較的小さな外径又は断面面積の発熱部 22、その上下両端に比較的大きな外径又は断面面積の端子部 23 があり、これらが一体に形成されている。発熱部 22、端子部 23 はともに断面円形状をなし、その内部

には同じ大きさ、形状の円形（図 1（a））又は角形（図 1（b））の中空部 24 が貫通して形成され、試料又は被処理材を内部で加熱しうようになっている。そしてこの両端部の発熱部側の端面の外周部に発熱部の一部を覆うように鍍部 25 が形成されている。

【0014】発熱部の一部を覆う鍍部 25 の長さは発熱部の長さの 20～95% が望ましく 20% 以下であれば熱が放散してしまい断熱の効果がえられない。また 95% 以上となれば上部端子部と下部端子部の間にアークが飛ぶ可能性があつて好ましくない。この鍍部 25 の内径は発熱部 22 の外径より 6mm 以上あることが適当であり、6mm 以下であると鍍部 25 と発熱部 22 が接触もしくはアークが飛ぶ可能性がある。又、鍍部 25 の内径は端子部の外径より 6mm 以上あることが適当であり、6mm 以下であると熱が放散してしまい、断熱の効果が得られない。

【0015】因みに、このような発熱体 21 の大きさは通常全長 100～160mm であり、発熱部の長さ端子部（片方）の長さは略等しく、外径は 30～60mm、円形中空部の内径は 15～35mm である。上部端子部と下部端子部の隙間は 3mm 以上が適当であり、これより少ないと上部と下部の間でアークが飛ぶ可能性がある。尚この明細書では図面において左右方向の長さのみでなく、上下方向に描かれ、高さと呼びうる大きさも長さと言うこととする。

【0016】図 2（a）～（d）は中空部の円形又は角形パイプと端子部が接着して製造された例を示す。図 2 の（a）と（b）においてはパイプは全長に亘って形成され、その上下両端部はパイプの外周が別体の端子部 24 と接着され、中央部はそのパイプ 26 が発熱部 22 を構成する。図 2 の（c）と（d）においてはパイプ 27 は費側面がコの字型に形成されて発熱部 22 を形成され、発熱部 22 の上下端部と上下両端子部の端面とが接着される発熱体 21 が形成される。これら上下両端子部の発熱部側の端面の外周部に一定幅の鍍部 25 が設けられて発熱部 22 の一部が覆われる。

【0017】図 1（a）と（b）は発熱体が全部一体に形成された例であり、一方、図 2（a）～（d）は中空パイプと端子部が別体に形成され、これを接着用組成物で接着して発熱体を形成した例であるが、両者の中では接着して形成した後者の方が好適である。それは発熱部と端子部との膨張差により生ずる応力が接着部により吸収され、発熱部と端子部との境界に発生し易い亀裂が防止されるからである。

【0018】図 3（a）～（b）に本発明の発熱体の斜視図が示されているが、その（a）の例は発熱部 22、端子部 23 そして中空部 24 も円形状をなしており、下方端子部 23 の端面に鍍部 25 が形成されて発熱部 22 の一部が覆われているのが見出されよう。また図 3 の（b）においては両端子部の外形は円形であるが、発熱

部 22 は角形乃至長方形の外径を有し、発熱部 22 と端子部 23 を通して角形乃至長方形の中空部 24 が貫通していること、そして端子部 23 の端面にやや厚手の鍍部 25 が形成されて発熱部 22 の一部が覆われていることが見られよう。

【0019】長方形の中空部を有する発熱体は上述のように高温で引張り強度試験機用として好適であるが、この引張り強度試験に用いる場合、その試験片の形状は通常 $25W \times 5t \times 200mm$ である関係上、 $32 \times 8mm$ の大きさに形成するのが適当である。一方このような長方形の中空部を有するときは端子部の外径は上記長方形の対角線の寸法の 1.2～3 倍の大きさにするのが適当である。1.2 未満の場合、端子部の中空部のコーナーに亀裂が入りやすくなる。3 倍を越えると発熱部との境界に亀裂が入り易くなる。

【0020】又、中空部の形状に関係なく、端子部の中空部を除いた断面の実質面積は発熱部断面の実施面積の 3～10 倍であることが好ましい。3 倍未満の場合端子部の発熱が大きくなりリード線の溶断が起きやすくなる。10 倍を越えると発熱部との境界に亀裂が入りやすくなる。

【0021】上記の如き発熱体はジルコニアでつくられるのであるが、ジルコニア ZrO_2 は約 $2715^\circ C$ という高い融点を持ち、熱伝導性が非常に小さく、電気抵抗度が高温で低く、低温で高いなど他のセラミックスにない優れた特性を有している。ジルコニア質発熱体は通常安定化剤を添加されたジルコニアファイバー又はジルコニア粉末からつくられる。上記安定化剤としてはイットリア Y_2O_3 、マグネシア MgO 、ライム CaO が好ましく用いられ、特にイットリアを添加したものがよく用いられる。安定化剤は混合物の 5～10% の量とするのが好ましい。ジルコニアファイバーの径は $0.1 \sim 20 \mu m$ 、長さは $0.1 \sim 50mm$ の範囲のもの、ジルコニア粉末としては $0.1 \sim 1000 \mu m$ の範囲の粒度のものが用いられる。これら主原料に種々の添加物を加えることができる。例えばジルコニアソル、ジルコニウム塩水溶液やポリビニルアルコール、メチルセルロース等のバインダーや界面活性剤、凝集剤などが加えられる。

【0022】これらの原料に外に酸化セリウム、炭酸セリウム等を加えて混練したものはジルコニア焼成物内の接着剤として良好に用いることができ、例えば上述した発熱部と端子部を接着する接着用組成物として良好に用いることができる。

【0023】端子部材には通電用リード線が取着けられる。このようなリード線としては白金線又は白金—ロジウム合金線が好んで用いられる。このリード線は図示のような形態の外に円形状端子部の端部に巻付けることもできる。

【0024】このような材料で発熱部と端子部を形成しリード線を取付けてから約 $100^\circ C$ で数時間乾燥したあ

と1000~2000℃で焼成して発熱体を得る。この発熱体は通電によって2000~2300℃までの発熱が可能である。

【0025】えられた中空ジルコニア質発熱体は図4又は図5の如き高温乃至超高温電気抵抗炉に設置して用いられる。その発熱体の内部に設けた円形又は長方形の中空部に試料又は被処理材を適宜手段により懸垂又は載置して、高温での各種物性の試験又は熱処理に良好に使用することができる。

【0026】以下に実施例をあげる。

【0027】

【実施例】

実施例1

イットリア安定化ジルコニア粉末100重量部とイットリア安定化ジルコニアファイバー100重量部をメチルセルローズ5重量部と水70重量部を配合して図1

(b)に示す発熱体をつくった。即ち発熱部、端子部はともに外径は円形で一体につくられており、両部を貫通して長方形の中空部が形成され端子部の端面に鍔部が形成されている。端子部は直径が55mm、長さが30mmで、これに鍔部10mmが形成されており(端子部は鍔部10mmを含めて長さ40mmとなる)、発熱部は肉厚が3mm、長さが30mmである。中空部は発熱部と上下端子部を通して32×8mmの長方形の同一形状をなしている。成型後100℃で2時間乾燥後、1800℃で2時間焼成して発熱体とした。

【0028】実施例2

実施例1と同じ原料を用い同じ寸法の発熱体をつくった。但し図2(b)に示すように発熱部と端子部は別体につくり、これを接着用組成物で接着した。この組成物は略上記の如き配合物に酸化セリウム50重量部を加え混練して得たものである。

【0029】実施例3

実施例1と同じ組成で同じ寸法の発熱体をつくった。但し図2(d)のように発熱部は側面コの字形状につくられ、これに上下端子部が実施例2に示すような接着用組成物で接着してつくった。

【0030】実施例4

実施例1~3でつくられた発熱体を図4に示す炉に載置し25×5×200mmの寸法の試験片を上記発熱体の中空部に挿入し酸化雰囲気中で2000℃まで加熱した。試験片の部分加熱を温度分布のばらつきが少ない状態で行うことができた。

【0031】実施例5

実施例1~3でつくられた発熱体を図4に示す炉に載置し、この炉を引張り強度試験機の下部のチャック間に設置し、25×5×200mm寸法の試験片の中心部が細くなった引張り強度試験片を上記発熱体の中空部に挿入し、酸化雰囲気中で2000℃まで加熱した。試験片の引張り強度を温度分布のばらつきが少ない状態で測定する

ことができた。

【0032】実施例6

上記発熱体を図4に示した炉に設置し25×5×200mm寸法の試験片のゾーンシンタリングを行った。方法としては試験片を白金線ですり下げ、上下に移動させることにより試験片下部100mmを温度分布のばらつきが少ない状態で焼成することが出来た。

【0033】実施例7

上記発熱体を図4に示した炉に設置し、空炉状態で常温から2000℃まで7時間の昇温スピードで昇温し、2000℃1時間保持後、常温まで7時間の降温スピードで降温した。この温度パターンで昇降温を繰り返したところ、150回で発熱体のリード線が断線した。発熱体を交換後同じ温度パターンで昇降温を繰り返したところ600回で予熱炉発熱体が断線した。これは本発明の対策前のジルコニア発熱体の寿命の約1.5倍であり、予熱炉発熱体の寿命の約2倍であった。

【0034】

【発明の効果】本発明のようにジルコニア質発熱体の発熱部の一部を覆うように端子部端面に鍔部を設けたので発熱部からの放熱を有効に遮断することができ、又そこからの放熱が少ないため、温度分布のばらつきが少なく、予熱炉が必要以上の温度に曝されなくなり、寿命の延長をはかることができる。

【0035】又端子部の形状が四角形の場合、発熱部長辺からの放熱に対する熱遮断効果があり、又通電発熱中にリード線の緩みや別離が発生し、スペース発生現象がおき津熱体本体及びリード線の部分溶融が生じるが、端子部は外形円形状に形成したのでリード線の密着性が良好であり通電発熱体のリード線の緩みや別離を来すことがないなどの効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図1】(a)と(b)は本発明の発熱体の実施例の断面図と平面図。

【図2】(a)~(d)は本発明の発熱体の他の実施例の断面図と平面図。

【図3】(a)と(b)は本発明の発熱体の他の実施例の斜視図。

【図4】本発明の発熱体を用いるに適当な高温炉の一例の断面図。

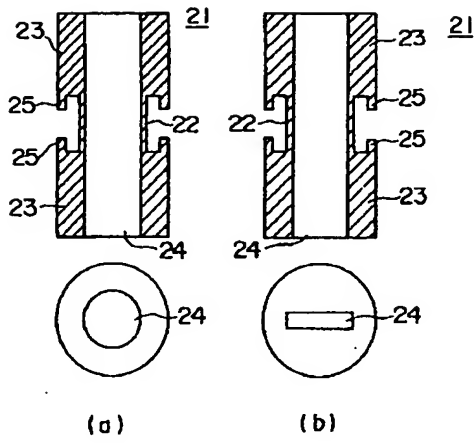
【図5】本発明の発熱体を用いるに適当な高温炉の他の例の断面図。

【図6】(a)~(c)は従来の例の発熱体の断面図と斜視図。

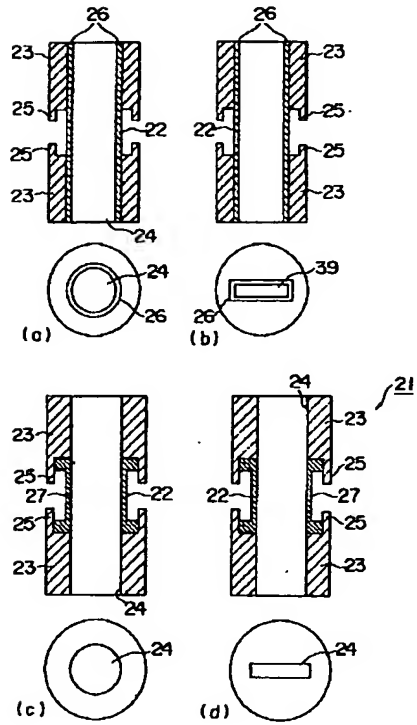
【符号の説明】

- 1、21 発熱体
- 2、22 発熱部
- 3、23 端子部
- 24 中空部
- 25 鍔部

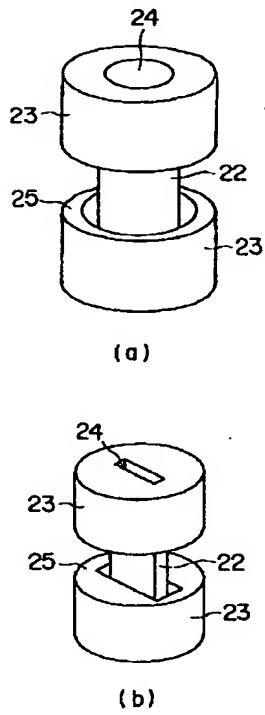
【図1】



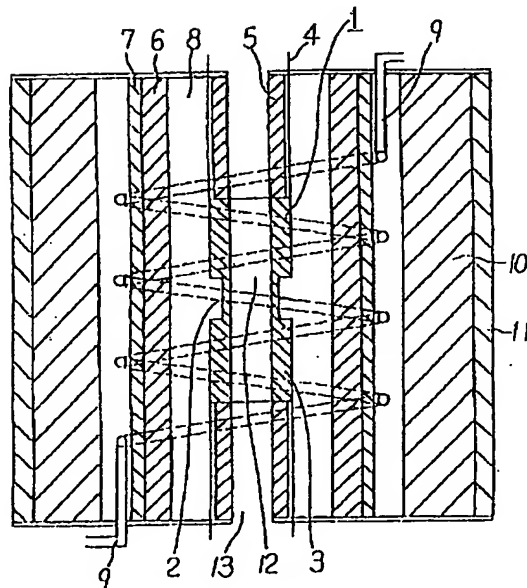
【図2】



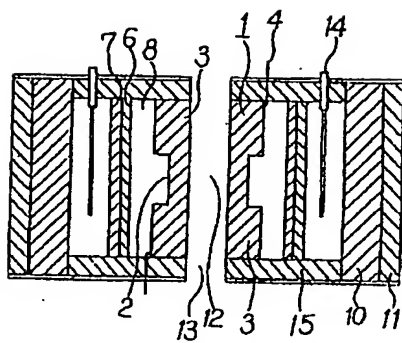
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

